

(3) PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-154760

(43)Date of publication of application : 22.06.1993

(51)Int.Cl.

B24B 37/00
C01B 33/12
C09K 3/14
H01L 21/304

(21)Application number : 03-318185

(71)Applicant : FUJIMI INKOOPOREETETSUDO:KK

(22)Date of filing : 02.12.1991

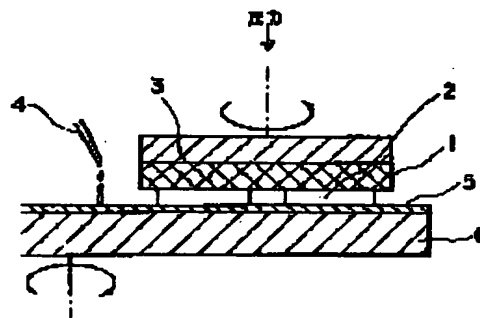
(72)Inventor : KODAMA KAZUSHI
IWASA SHOJI

(54) POLISHING COMPOSITION AND POLISHING METHOD FOR SILICON WAFER

(57)Abstract:

PURPOSE: To secure the surface flatness of a wafer by technically improving the polishing composition and polishing method for mirror polishing when machining the wafer.

CONSTITUTION: A polishing composition incorporating 10-80wt.% of colloidal silica sol or silica gel and piperazine in the SiO₂ reference of silica sol or silica gel is used for mirror polishing when a silicon wafer is machined, the wafer and a polishing pad fixed to a sticking plate are rotated, and the surface of the silicon wafer is mirror-polished. The polishing efficiency is sharply improved as compared with a polishing composition added with 5wt.% or below of piperazine in the past. When the polishing composition is used in the cycle method, the clogging of a filter is reduced, the life of slurry is improved, the workability and cost can be improved, and an excellent polished surface is obtained.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 27.07.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 24.04.2001

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2001-08638

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 24.05.2001

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. **** shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS [JP,05-154760,A]

[Claim(s)]

[Claim 1] It sets to the constituent of mirror polishing in silicon wafer processing, and they are a colloidal silica sol or silica gel, and a piperazine SiO₂ of the aforementioned silica sol or silica gel Constituent for polish of the silicon wafer characterized by the bird clapper including 10 - 80 % of the weight on criteria.

[Claim 2] It sets to the mirror-polishing method in silicon wafer processing, and they are a colloidal silica sol or silica gel, and a piperazine SiO₂ of the aforementioned silica sol or silica gel The polish method of the silicon wafer characterized by using the constituent for polish which comes to contain 10 - 80 % of the weight on criteria, rotating the wafer and polish pad which were fixed to the ceramic block, and carrying out mirror polishing of the front face of a wafer chemically and mechanically.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-154760

(43) 公開日 平成5年(1993)6月22日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 4 B 37/00		H 7908-3C		
C 0 1 B 33/12		Z 6971-4G		
C 0 9 K 3/14		X 6917-4H		
H 0 1 L 21/304	3 2 1 P	8831-4M		

審査請求 未請求 請求項の数2(全13頁)

(21) 出願番号 特願平3-318185

(22) 出願日 平成3年(1991)12月2日

(71) 出願人 000236702

株式会社フジインコーポレーテッド
愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1番地の1

(72) 発明者 児玉 一志

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1番地の1 株式会社フジインコーポレーテッド内

(72) 発明者 岩沙 昭二

愛知県西春日井郡西枇杷島町地領2丁目1番地の1 株式会社フジインコーポレーテッド内

(74) 代理人 弁理士 佐々木 宗治 (外3名)

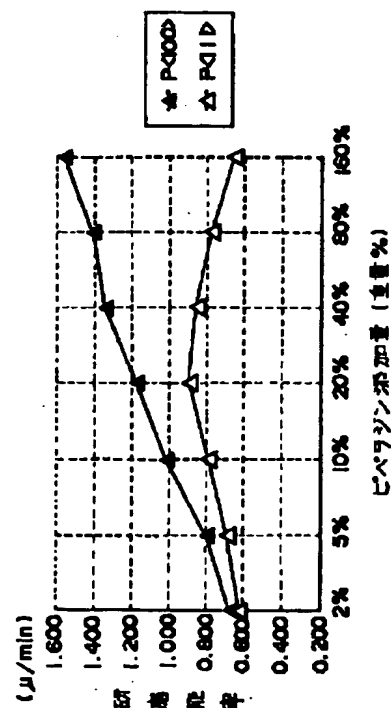
(54) 【発明の名称】 シリコンウエーハの研磨用組成物及び研磨方法

(57) 【要約】

【目的】 ウエーハ加工における鏡面研磨の研磨用組成物及び研磨方法の技術的改良を図り、ウエーハ表面平坦度を確保する。

【構成】 シリコンウエーハ加工における鏡面研磨の研磨用組成物において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとピペラジンを前記シリカゾル又はシリカゲルのS10；基準にて10～80重量%を含んでなる研磨用組成物で、又、この研磨用組成物を使い、はりつけ板に固定されたウエーハと研磨パッドを回転させて、ウエーハの表面を鏡面研磨するシリコンウエーハの研磨方法。

【効果】 従来のピペラジンの5重量%以下を添加した研磨用組成物に比べて、大巾に研磨能率が向上し、且つ研磨用組成物をリサイクル方式で使用する場合、フィルターの目詰まりが少なく、スラリーのライフが向上し、作業性及びコストの改善ができ、優れた研磨面が得られる等の効果を奏するものである。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコンウェーハ加工における鏡面研磨の組成物において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとビベラジンを前記シリカゾル又はシリカゲルのSiO₂基準にて10～80重量%を含んでなることを特徴とするシリコンウェーハの研磨用組成物。

【請求項2】 シリコンウェーハ加工における鏡面研磨方法において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとビベラジンを前記シリカゾル又はシリカゲルのSiO₂基準にて10～80重量%を含んでなる研磨用組成物を使い、セラミックブロックに固定されたウェーハと研磨パッドを回転させて、ウェーハの表面を化学的及び機械的に鏡面研磨することを特徴とするシリコンウェーハの研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体のシリコン等のウェーハの研磨用組成物及び研磨方法の改良に関するものである。

【0002】

【従来の技術】LSI分野におけるシリコンウェーハ加工技術の課題としては、

- ①反りや表面平坦度等のウェーハ寸法精度の向上、
- ②ウェーハ表面清浄度の向上、
- ③大口径ウェーハ加工等が重要な課題である。

【0003】一般に、育成した単結晶インゴットを切断し、研磨して鏡面ウェーハに仕上げるまでの加工工程は、次のような工程からなる。

- (1)育成した単結晶を幾つかのブロックに分けて、外径を研削して所定の直径に整える。
- (2)決められた面にオリエンテーションフラットをカップ形砥石を使って入れる。
- (3)単結晶ブロックを台に固定し、ダイヤモンド内周刃で切断してウェーハを作る。
- (4)LSI製造工程中にウェーハの縁が欠けるのを防ぐために、ウェーハ外周部を研削する。砥石の形状により、ウェーハの縁の形状が決まる。
- (5)砥粒によりウェーハの両面をラップして切断による加工歪みを除去し、厚さを一定にする。
- (6)ラップ等の加工歪みを完全に除去するために、数十μmエッチングする。
- (7)コロイダルシリカ又はシリカゲル等の研磨用組成物を使い、セラミックブロックに固定されたウェーハと研磨パッドを回転させて、ウェーハの表面を化学的及び機械的に鏡面研磨する工程を数回繰り返す。
- (8)ウェーハの表面を清浄化する最終洗浄工程。
- (9)出荷検査：抵抗率等の電気特性、厚さや表面平坦度等の寸法精度の他に、斜光検査による表面清浄度検査。
- (10)ウェーハを箱に入れて包装する。

【0004】前述のウェーハの反りは、切断技術に依存し、ウェーハ表面平坦度は、エッチング工程と研磨工程によって決まる。ラッピングによりウェーハ面内の厚さは均一になり、この均一性を後工程で崩さないようにすることが重要となる。ウェーハ表面清浄度は最終洗浄工程によることは言うまでもない。

【0005】特に、ウェーハ表面平坦度を確保するためには、鏡面研磨工程が重要になる。鏡面研磨は、普通、図4に示す如く、ウェーハ1をワックス2でセラミックブロック3に貼りつけて、強アルカリ液中にコロイダルシリカ又はシリカゲルを分散させた研磨用組成物4を使い、適切な研磨布5を使って、初め、表面を平坦に研磨し、次に、仕上げの研磨を行い、アルカリによる化学研磨とシリカによる機械研磨を組合わせた研磨を行うものである。

【0006】ウェーハの鏡面研磨方法及び研磨剤については、特公昭49-13665号公報には、高度の半導体の表面完全性を与えるために、約2～100mμの最終の粒子寸法を有する約2～50%固形分を含有するシリカゾルで研磨する方法が開示され、米国特許第4169337号公報には0.1～5重量%（ゾルのSiO₂基準にて）の水溶性アミンを添加した水溶性コロイダルシリカまたはゲルでシリコンウェーハまたは類似の材料の研磨方法が開示されている。

【0007】また、特公昭57-58775号公報には、pHが約11～12.5で且つそのシリカ粒子（比表面積：約25～600m²/g）を化学的に結合したアルミニウム原子で未被覆粒子表面上の珪素原子100個当たりアルミニウム原子約1～約50個の表面被覆となるように被覆せしめてあり、しかも約2～約50重量%のシリカ濃度を有するように変性処理されたコロイド状シリカゲルを研磨剤として使用することの特徴とする、シリコンまたはゲルマニウム半導体材料を高度の表面仕上がり状態に研磨する方法が開示されている。

【0008】さらに、特公昭61-38954号公報には、ゾル又はゲルのシリカ含量に基づき、それぞれ炭素原子2～8個を含む、水溶性アルキルアミンまたは水溶性アミノアルキルエタノールアミン0.1～5重量%と、炭素原子6個以下を含む水溶性第4級アルキルアンモニウムの塩または塩基0.1～5重量%とを含む、水溶性コロイド状シリカのゾルまたはゲルからなる研磨剤で、珪素ウェーハを研磨する方法が、特開昭62-30333号公報には、ゾルのSiO₂含有量に基づいて0.1～5重量%のビベラジン、又は窒素に低級アルキル置換基がついたビベラジンと組合わされた、水性コロイドシリカゾル又はゲルを含んでなる研磨剤で研磨することを含む、シリコンウェーハ及び同様の材料の研磨方法が開示されている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】以上の如く、ウェーハ

表面平坦度を確保するための鏡面研磨工程においては、従来の技術は著しく進歩して来たものの、LSI分野における技術の進歩は目覚ましく、シリコンウエーハ表面の高度な清浄度と平坦度について更に一段の技術的向上を望む声は大である。

【0010】本発明は、以上のシリコンウエーハ加工における鏡面研磨における技術的改良を図るためになされたものであり、ウエーハ表面平坦度を確保するためのシリコンウエーハの研磨用組成物及び研磨方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明の第1は、シリコンウエーハ加工における鏡面研磨の研磨用組成物において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとビベラジンを、前記シリカゾル又はシリカゲルのSiO₂含有量基準にて10～80重量%を含んでなることを特徴とするシリコンウエーハの研磨用組成物であり、

【0012】本発明の第2は、シリコンウエーハ加工における鏡面研磨方法において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとビベラジンを前記シリカゾル又はシリカゲルのSiO₂基準にて10～80重量%を含んでなる研磨用組成物を使い、セラミックブロックに固定されたウエーハと研磨パッドを回転させて、ウエーハの表面を化学的及び機械的に鏡面研磨することを特徴とするシリコンウエーハの研磨方法である。

【0013】

【作用】前述の如く、特公昭61-38954号公報及び特開昭62-30333号公報におけるシリコンウエーハの研磨に用いる研磨用組成物は、0.1～5重量%のビベラジン又は水溶性アルキルアミンまたは水溶性アミノアルキルエタノールアミンとを含む、水溶性コロイド状シリカのゾルまたはゲルからなるものであった。しかしながら、本発明者らは、種々検討試験の結果、次のようなことを見知した。

(1)後述する実施例における表1並びに図1に示す如く、本発明の研磨用組成物は、従来のビベラジンの添加量5重量%以下に比べて、大巾な研磨能率の向上が認められる。

(2)研磨用組成物をリサイクル方式で使用する場合、フィルターの目詰まりが少なく、スラリーのライフが向上し、作業性及びコストの改善ができる。

(3)pHの調整するのに必要とする苛性アルカリを添加する必要もなく、優れた研磨面が得られる。

【0014】本発明の研磨用組成物においては、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルへのビベラジン（無水換算基準）の添加量を、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルのSiO₂含有量に対して、10重量%以上とするものであるが、これは上述する如く、従来のビベラジンの添加量5重量%以下に比べて、大巾な研磨能率の向上が認められたことによるもので、80重量%を越えると

ビベラジンの溶解度が低下し、研磨面が荒れるので10～80重量%を使用範囲とした。

【0015】

【実施例】先ず、研磨用組成物の調製について述べる。研磨剤のコロイダルシリカゾルは、粒子径が35nm（平均粒子径）で、SiO₂濃度が20%のコロイダルシリカ（比重1.12）1■（SiO₂分が224gに相当）に、市販のビベラジンの6水和物又は無水物（試薬）を用いてビベラジン無水物として、SiO₂含量に対して、夫々2～160重量%に変えて添加し、研磨用組成物とした。これに純水を加えて、全量で20■に調製した研磨用スラリーを作り、これを研磨試験に用いる。

【0016】次に、研磨機（SPEED FAM SPAW32）を用いて、調整した研磨剤のシリコンウエーハ（5インチφ；結晶：P<100>型、P<111>型）の鏡面加工を行った。鏡面加工に当たっては、図4に示す如く、シリコンウエーハ1を研磨機のバックアップホイール6上に位置させ、ワックス2でセラミックブロック3に貼りつけて、不織布タイプ又はスウェードタイプの研磨パッド等の適切な研磨布5をシリコンウエーハ1上に置き、研磨機のプレッシャープレート（図示なし）を下降させ、研磨機のバックアップホイール6を回転させる。そして前記の調製された研磨用スラリー4をバックアップホイール6上に供給し、圧力を与えながらこの研磨用スラリー4の研磨剤をシリコンウエーハ1とバックアップホイール6との間に回転させ、その回転を通して研磨剤でシリコンウエーハ1表面を平坦に研磨する。

【0017】この様な研磨に用いる研磨用スラリーは、リサイクル用フィルターを通してリサイクルしながら研磨を行い、アルカリによる化学研磨とシリカによる機械研磨を組合わせた研磨を行う。その際の研磨条件を次に示す。

研磨条件、

研磨布 : SURFIN II-X（不織布タイプ）

圧力 : 350g/cm²；

回転数 : 87rpm；

テスト回数：3回

研磨時間 : 20min；

40 研磨用組成物のSiO₂濃度：1.1%

スラリーpH：9.9～11.3

スラリー量：20■；

スラリー流量：5■/min（リサイクル）

リサイクル用フィルター：20μ

ビベラジンの添加量を重量基準にて、2.5、10、20、40、80、160%に変えて、研磨を行った。研磨結果を表1に示す。またビベラジンの添加量と研磨能率（μ/min）との関係を示すグラフを図1に示す。

【0018】

50 【表1】

ピペラジン 添加量	pH	研磨温度 ℃	研磨能率 [μ/min]		*比較例との相違 %	
			P<100>	P<111>	P<100>	P<111>
2 %	9.92	43	0.684	0.625	85	90
5 %	10.36	44	0.806	0.897	100	100
10 %	10.60	44	1.018	0.797	128	114
20 %	10.76	44	1.181	0.893	147	128
40 %	10.96	43	1.347	0.859	167	123
80 %	11.10	43	1.416	0.775	176	111
160 %	11.26	43	1.563	0.653	194	94

*比較例はピペラジン添加量が5%の場合

【0019】表1並びに図1に示すように、ピペラジンの添加量5%以下（比較例）に比べて、結晶型P<100>型、P<111>型、共に添加量10～80%においては、比較例との相違%が100を超えていることが明らかであり、特にP<100>型のウエーハの場合は、添加量が160%でも更に研磨能率が向上していることは驚きである。

【0020】次に、研磨用スラリーのリサイクル特性を調べた。この場合、本発明のピペラジンの添加量を35.0%に特定し、比較例については上と同様に5%とした。この場合の研磨能率の結果を表2並びに図2に示す。

【0021】

【表2】

RUN No.	ピペラジン添加量35.0%		ピペラジン添加量 5 %	
	研磨能率 [$\mu\text{m}/\text{min}$]	スラリー流量 [g/min]	研磨能率 [$\mu\text{m}/\text{min}$]	スラリー流量 [g/min]
1	1.18	7.00	0.54	7.00
2	1.34		0.71	
3	1.43		0.66	
4	1.43		0.84	
5	1.38		0.80	8.80
6	1.36		0.58	
7	1.38	7.00	0.56	
8	1.28		0.53	
9	1.32		0.51	8.00
10	1.27		0.48	
11	1.24		0.46	5.60
12	1.16		0.45	
13	1.14		0.44	5.20
14	1.07	6.40	0.43	
15	1.02		0.42	4.80
16	0.97		0.41	
17	0.91	6.00	0.40	4.00
18	0.86		0.39	
19	0.82		0.39	
20	0.79	5.80	0.38	2.00
21	0.76	5.60		
22	0.72			
23	0.70	5.20		
24	0.66			
25	0.64			
26	0.59			
27	0.57	4.00		
28	0.53			
29	0.49			
30	0.46	3.30		

【0022】表2並びに図2に示すように、ピペラジンの添加量5%以下（比較例）に比べて、本発明例の場合、リサイクルはRUN No. 20の場合で研磨能率は0.79、比較例の場合0.38と優に2倍の能率で、且つスラリー流量は、本発明の場合5.80で、比較例は2.00でこれ以上のリサイクルは不能であり、流量は2.9倍で、RUN No. 30においても本発明の場合未だ3.3 $\mu\text{m}/\text{min}$ を示し、且つ研磨能率も0.46と $\mu\text{m}/\text{min}$ を示している。図3にリサイクル中に調べたときの流量（ $\mu\text{m}/\text{min}$ ）と測定したRUN No.を示した。

【0023】本発明は、本実施例において用いられた研磨機並びに研磨条件に限定されず、その他の研磨機又は研磨条件を用いても良いことは勿論である。更に、本実施例においては、コロイダルシリカを使用したか、シリカゲルを用いても同様な成績を示すことは勿論である。

【0024】

【発明の効果】本発明の研磨用組成物及び研磨方法によれば、従来のピペラジンの5重量%以下を添加した研磨用組成物に比べて、大巾な研磨能率の向上が認められ、且つ研磨剤をリサイクル方式で使用する場合、フィルタ

の目詰まりが少なく、スラリーのライフが向上し、作業性及びコストの改善ができ、さらにpHの調整に必要とする苛性アルカリを添加する必要もなく、優れた研磨面が得られる等の効果を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】ピペラジン添加量と研磨能率との関係を示したグラフ、

【図2】本発明と従来例の研磨用組成物のリサイクルと研磨能率との関係を示したグラフ、

【図3】本発明と従来例の研磨用スラリーの流量と研磨*10

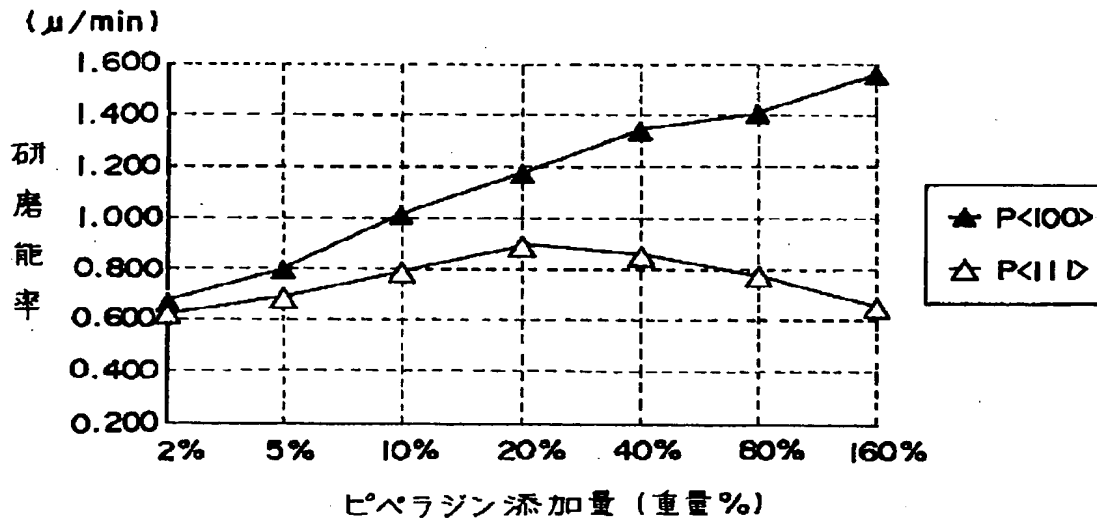
* 能率との関係を示したグラフ、

【図4】ウェーハ表面の鏡面研磨工程の説明図。

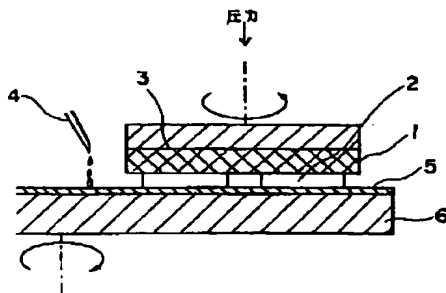
【符号の説明】

- 1 ウェーハ
- 2 ワックス
- 3 セラミックブロック
- 4 研磨用スラリー
- 5 研磨布
- 6 バックアップホイール。

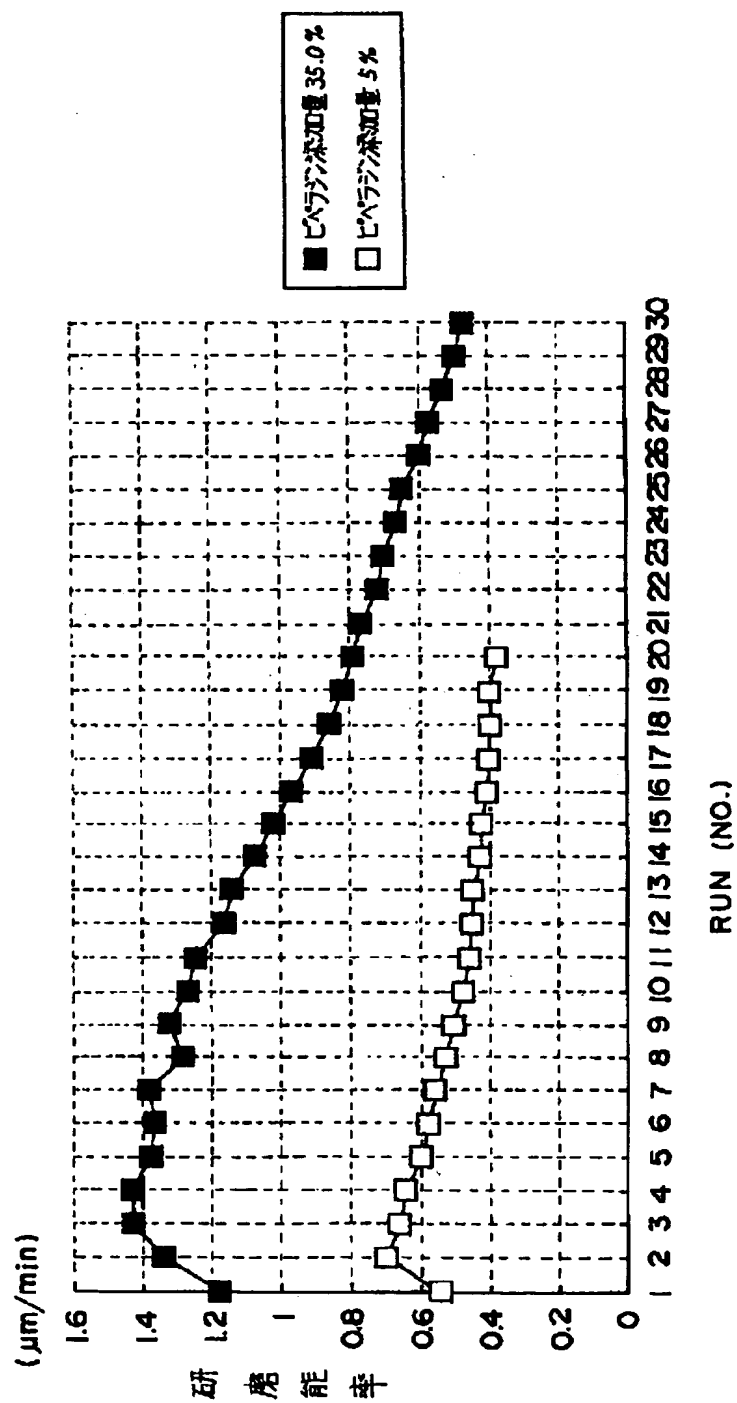
【図1】



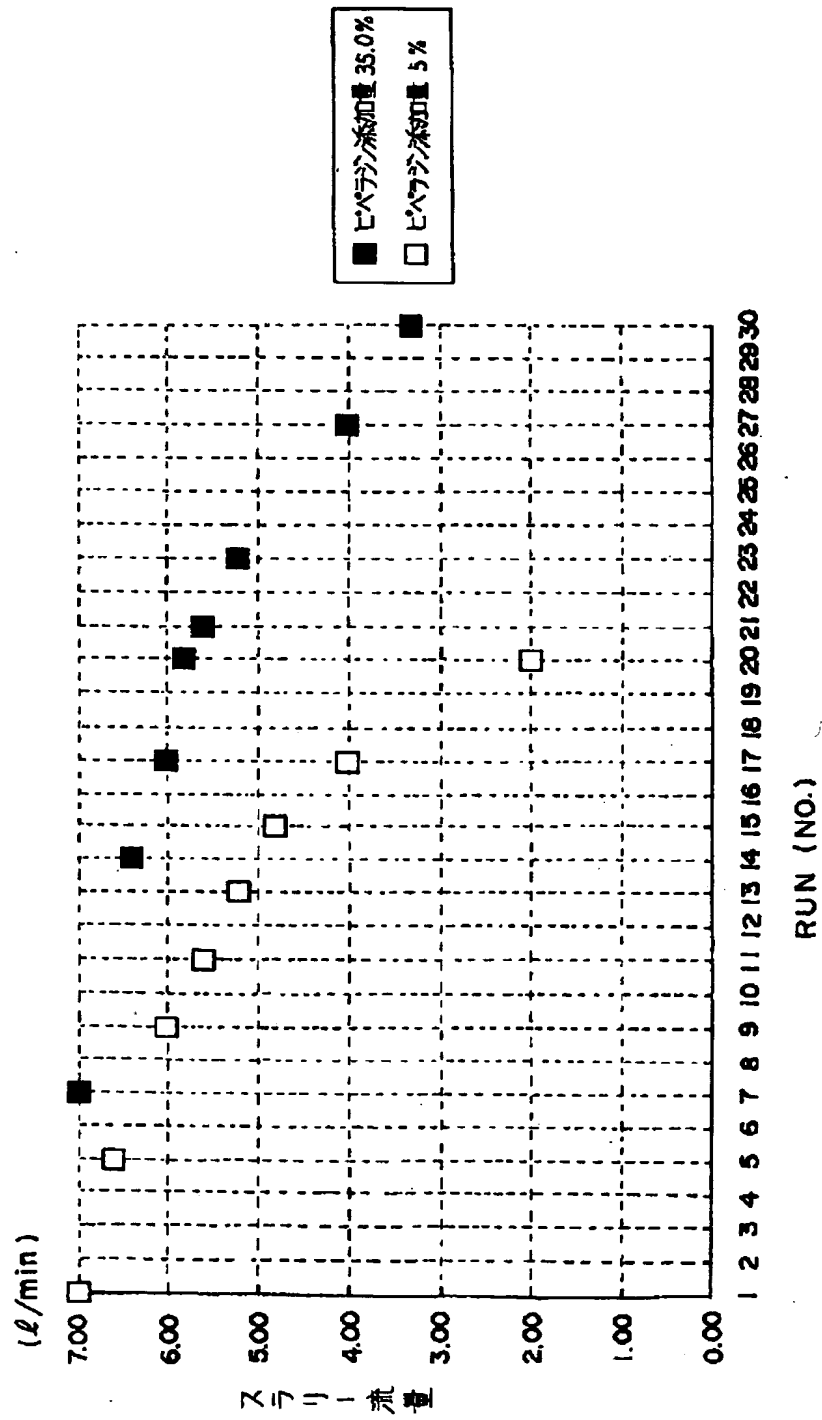
【図4】



【図2】



【図3】



【手続補正書】

【提出日】平成3年12月25日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】 明細書

【発明の名称】 シリコンウエーハの研磨用組成物及び研磨方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリコンウエーハ加工における鏡面研磨の組成物において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとビベラジンを前記シリカゾル又はシリカゲルの SiO_2 基準にて10～80重量%を含んでなることを特徴とするシリコンウエーハの研磨用組成物。

【請求項2】 シリコンウエーハ加工における鏡面研磨方法において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとビベラジンを前記シリカゾル又はシリカゲルの SiO_2 基準にて10～80重量%を含んでなる研磨用組成物を使い、セラミックはりつけ板に固定されたウエーハと研磨パッドを回転させて、ウエーハの表面を化学的及び機械的に鏡面研磨することを特徴とするシリコンウエーハの研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、半導体のシリコン等のウエーハの研磨用組成物及び研磨方法の改良に関するものである。

【0002】

【従来の技術】LSI分野におけるシリコンウエーハ加工技術の課題としては、

①反りや表面平坦度等のウエーハ寸法精度の向上、

②ウエーハ表面清浄度の向上、

③大口径ウエーハ加工

等が重要な課題である。

【0003】一般に、育成した単結晶インゴットを切断し、研磨して鏡面ウエーハに仕上げるまでの加工工程は、次のような工程からなる。

(1)育成した単結晶を幾つかのブロックに分けて、外径を研削して所定の直径に整える。

(2)決められた面にオリエンテーションフラットをカップ形砥石を使って入れる。

(3)単結晶ブロックを台に固定し、ダイヤモンド内周刃で切断してウエーハを作る。

(4)LSI製造工程中にウエーハの縁が欠けるのを防ぐために、ウエーハ外周部を研削する。砥石の形状により、ウエーハの縁の形状が決まる。

(5)砥粒によりウエーハの両面をラップして切断による加工歪みを除去し、厚さを一定にする。

(6)ラップ等の加工歪みを完全に除去するために、数十 μm エッチングする。

(7)コロイダルシリカ又はシリカゲル等の研磨用組成物を使い、セラミックブロックに固定されたウエーハと研磨パッドを回転させて、ウエーハの表面を化学的及び機械的に鏡面研磨する工程を数回繰り返す。

(8)ウエーハの表面を清浄化する最終洗浄工程。

(9)出荷検査：抵抗率等の電気特性、厚さや表面平坦度等の寸法精度の他に、斜光検査による表面清浄度検査。

(10)ウエーハを箱に入れて包装する。

【0004】前述のウエーハの反りは、切断技術に依存し、ウエーハ表面平坦度は、エッチング工程と研磨工程によって決まる。ラッピングによりウエーハ面内の厚さは均一になり、この均一性を後工程で崩さないようにすることが重要となる。ウエーハ表面清浄度は最終洗浄工程によることは言うまでもない。

【0005】特に、ウエーハ表面平坦度を確保するためには、鏡面研磨工程が重要になる。鏡面研磨は、普通、図4に示す如く、ウエーハ1をワックス2でセラミックブロック3に貼りつけて、強アルカリ液中にコロイダルシリカ又はシリカゲルを分散させた研磨用組成物4を使い、適切な研磨布5を使って、初め、表面を平坦に研磨し、次に、仕上げの研磨を行い、アルカリによる化学研磨とシリカによる機械研磨を組合わせた研磨を行うものである。

【0006】ウエーハの鏡面研磨方法及び研磨剤については、特公昭49-13665号公報には、高度の半導体の表面完全性を与えるために、約2～100 μm の最終の粒子寸法を有する約2～50%固形分を含有するシリカゾルで研磨する方法が開示され、米国特許第4169337号公報には0.1～5重量%（ゾルの SiO_2 基準にて）の水溶性アミンを添加した水溶性コロイダルシリカまたはゲルでシリコンウエーハまたは類似の材料の研磨方法が開示されている。

【0007】また、特公昭57-58775号公報には、pHが約11～12.5で且つそのシリカ粒子（比表面積：約25～600 m^2/g ）を化学的に結合したアルミニウム原子で未被覆粒子表面上の珪素原子100個当たりアルミニウム原子約1～約50個の表面被覆となるように被覆せしめてあり、しかも約2～約50重量%のシリカ濃度を有するように変性処理されたコロイド状シリカゲルを研磨剤として使用することを特徴とする、シリコンまたはゲルマニウム半導体材料を高度の表面仕上がり状態に研磨する方法が開示されている。

【0008】さらに、特公昭61-38954号公報には、ゾル又はゲルのシリカ含量に基づき、それぞれ炭素原子2～8個を含む、水溶性アルキルアミンまたは水溶性アミノアルキルエタノールアミン0.1～5重量%と、炭素原子6個以下を含む水溶性第4級アルキルアン

モニウムの塩または塩基0.1~5重量%を含む、水溶性コロイド状シリカのゾルまたはゲルからなる研磨剤で、珪素ウエーハを研磨する方法が、特開昭62-30333号公報には、ゾルのSiO₂含有量に基づいて0.1~5重量%のビベラジン、又は窒素に低級アルキル置換基がついたビベラジンと組合わされた、水性コロイドシリカゾル又はゲルを含んでなる研磨剤で研磨することを含む、シリコンウエーハ及び同様の材料の研磨方法が開示されている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】以上の如く、ウエーハ表面平坦度を確保するための鏡面研磨工程においては、従来の技術は著しく進歩して来たものの、LSI分野における技術の進歩は目覚ましく、シリコンウエーハ表面の高度な清浄度と平坦度について更に一段の技術的向上を望む声は大である。

【0010】本発明は、以上のシリコンウエーハ加工における鏡面研磨における技術的改良を図るためになされたものであり、ウエーハ表面平坦度を確保するためのシリコンウエーハの研磨用組成物及び研磨方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明の第1は、シリコンウエーハ加工における鏡面研磨の研磨用組成物において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとビベラジンを、前記シリカゾル又はシリカゲルのSiO₂含有量基準にて10~80重量%を含んでなることを特徴とするシリコンウエーハの研磨用組成物であり、

【0012】本発明の第2は、シリコンウエーハ加工における鏡面研磨方法において、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルとビベラジンを前記シリカゾル又はシリカゲルのSiO₂基準にて10~80重量%を含んでなる研磨用組成物を使い、セラミックはりつけ板に固定されたウエーハと研磨パッドを回転させて、ウエーハの表面を化学的及び機械的に鏡面研磨することを中心とするシリコンウエーハの研磨方法である。

【0013】

【作用】前述の如く、特公昭61-38954号公報及び特開昭62-30333号公報におけるシリコンウエーハの研磨に用いる研磨用組成物は、0.1~5重量%のビベラジン又は水溶性アルキルアミンまたは水溶性アミノアルキルエタノールアミンを含む、水溶性コロイド状シリカのゾルまたはゲルからなるものであった。しかしながら、本発明者らは、種々検討試験の結果、次のようなことを見知した。

(1)後述する実施例における表1並びに図1に示す如く、本発明の研磨用組成物は、従来のビベラジンの添加量5重量%以下に比べて、大巾な研磨能率の向上が認められる。

(2)研磨用組成物をリサイクル方式で使用する場合、フ

ィルターの目詰まりが少なく、スラリーのライフが向上し、作業性及びコストの改善ができる。

(3)pHの調整するのに必要とする苛性アルカリを添加する必要もなく、優れた研磨面が得られる。

【0014】本発明の研磨用組成物においては、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルへのビベラジン（無水換算基準）の添加量を、コロイダルシリカゾル又はシリカゲルのSiO₂含有量に対して、10重量%以上とするものであるが、これは上述する如く、従来のビベラジンの添加量5重量%以下に比べて、大巾な研磨能率の向上が認められたことによるもので、80重量%を越えるとビベラジンの溶解度が低下し、研磨面が荒れるので10~80重量%を使用範囲とした。

【0015】

【実施例】先ず、研磨用組成物の調製について述べる。研磨剤のコロイダルシリカゾルは、粒子径が35nm（平均粒子径）で、SiO₂濃度が20%のコロイダルシリカ（比重1.12）1リットル（SiO₂分が224gに相当）に、市販のビベラジンの6水和物又は無水物（試薬）を用いてビベラジン無水物として、SiO₂含量に対して、夫々2~160重量%に変えて添加し、研磨用組成物とした。これに純水を加えて、全量で20リットルに調製した研磨用スラリーを作り、これを研磨試験に用いる。

【0016】次に、研磨機（SPEED FAM SPAW32）を用いて、調整した研磨剤のシリコンウエーハ（5インチφ；結晶：P<100>型、P<111>型）の鏡面加工を行った。鏡面加工に当たっては、図4に示す如く、シリコンウエーハ1を研磨機のバックアップホイール6上に位置させ、ワックス2でセラミックはりつけ板3に貼りつけて、不織布タイプ又はスウェードタイプの研磨パッド等の適切な研磨布5をシリコンウエーハ1上に置き、研磨機のプレッシャープレート（図示なし）を下降させ、研磨機のバックアップホイール6を回転させる。そして前記の調製された研磨用スラリー4をバックアップホイール6上に供給し、圧力を与えながらこの研磨用スラリー4の研磨剤をシリコンウエーハ1とバックアップホイール6との間に回転させ、その回転を通して研磨剤でシリコンウエーハ1表面を平坦に研磨する。

【0017】この様な研磨に用いる研磨用スラリーは、リサイクル用フィルターを通してリサイクルしながら研磨を行い、アルカリによる化学研磨とシリカによる機械研磨を組合わせた研磨を行う。その際の研磨条件を次に示す。

研磨条件、

研磨布 : SURFIN II-X（不織布タイプ）

圧力 : 350g/cm²；

回転数 : 87rpm；

テスト回数 : 3回

研磨時間 : 20min；

研磨用組成物のSiO₂濃度: 1.1%

スラリーpH: 9.9~11.3

スラリー量: 20リットル;

スラリー流量: 5リットル/min (リサイクル)

リサイクル用フィルター: 20μ

ビペラジンの添加量を重量基準にて、2、5、10、2*

*0、40、80、160%に変えて、研磨を行った。研磨結果を表1に示す。またビペラジンの添加量と研磨能率(μ/min)との関係を示すグラフを図1に示す。

【0018】

【表1】

ビペラジン 添加量	pH	研磨温度 ℃	研磨能率 [μ/min]		*比較例との相違 %	
			P<100>	P<111>	P<100>	P<111>
2 %	9.92	43	0.684	0.625	85	90
5 %	10.36	44	0.806	0.697	100	100
10 %	10.60	44	1.016	0.797	126	114
20 %	10.76	44	1.181	0.893	147	128
40 %	10.96	43	1.347	0.859	167	123
80 %	11.10	43	1.416	0.775	176	111
160 %	11.26	43	1.563	0.853	194	94

*比較例はビペラジン添加量が5%の場合

【0019】表1並びに図1に示すように、ビペラジンの添加量5%以下(比較例)に比べて、結晶型P<100>型、P<111>型、共に添加量10~80%においては、比較例との相違%が100を超えていることが明らかであり、特にP<100>型のウェーハの場合は、添加量が160%でも更に研磨能率が向上していることは驚きである。

【0020】次に、研磨用スラリーのリサイクル特性を

調べた。この場合、本発明のビペラジンの添加量を35.0%に特定し、比較例については上と同様に5%とした。この場合の研磨能率の結果を表2並びに図2に示す。

【0021】

【表2】

RUN No.	ビペラジン添加量35.0%		ビペラジン添加量 5 %	
	研磨能率 [$\mu\text{m}/\text{min}$]	スラリ流量 [Q/min]	研磨能率 [$\mu\text{m}/\text{min}$]	スラリ流量 [Q/min]
1	1.18	7.00	0.54	7.00
2	1.34		0.71	
3	1.43		0.66	
4	1.43		0.64	
5	1.38		0.60	6.60
6	1.36		0.58	
7	1.38	7.00	0.56	
8	1.28		0.53	
9	1.32		0.51	6.00
10	1.27		0.48	
11	1.24		0.46	5.60
12	1.16		0.45	
13	1.14		0.44	5.20
14	1.07	6.40	0.43	
15	1.02		0.42	4.80
16	0.97		0.41	
17	0.91	6.00	0.40	4.00
18	0.86		0.39	
19	0.82		0.39	
20	0.79	5.80	0.38	2.00
21	0.76	5.60		
22	0.72			
23	0.70	5.20		
24	0.66			
25	0.64			
26	0.59			
27	0.57	4.00		
28	0.53			
29	0.49			
30	0.46	3.30		

【0022】表2並びに図2に示すように、ビペラジンの添加量5%以下（比較例）に比べて、本発明例の場合、リサイクルはRUN No. 20の場合で研磨能率は0.79 $\mu\text{m}/\text{min}$ 、比較例の場合0.38 $\mu\text{m}/\text{min}$ と優に2倍の能率で、且つスラリ流量は、本発明の場合5.80リットル/minで、比較例は2.0リットル/minでこれ以上のリサイクルは不能であり、流量は2.9倍で、RUN No. 30においても本発明の場合未だ3.3リットル/minを示し、且つ研磨能率も0.46 $\mu\text{m}/\text{min}$ を示している。図3にリサイクル中に調べ

たときの流量（リットル/min）と測定したRUN No.を示した。

【0023】本発明は、本実施例において用いられた研磨機並びに研磨条件に限定されず、その他の研磨機又は研磨条件を用いても良いことは勿論である。更に、本実施例においては、コロイダルシリカを使用した、シリカゲルを用いても同様な成績を示すことは勿論である。

【0024】

【発明の効果】本発明の研磨用組成物及び研磨方法によれば、従来のビペラジンの5重量%以下を添加した研磨

用組成物に比べて、大巾な研磨能率の向上が認められ、且つ研磨剤をリサイクル方式使用する場合、フィルターの目詰まりが少なく、スラリーのライフが向上し、作業性及びコストの改善ができ、さらにpHの調整に必要とする苛性アルカリを添加する必要もなく、優れた研磨面が得られる等の効果を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】ビベラジン添加量と研磨能率との関係を示したグラフ、

【図2】本発明と従来例の研磨用組成物のリサイクルと研磨能率との関係を示したグラフ、

【図3】本発明と従来例の研磨用スラリーの流量と研磨能率との関係を示したグラフ、

【図4】ウエーハ表面の鏡面研磨工程の説明図。

【符号の説明】

- 1 ウエーハ
- 2 ワックス
- 3 セラミックはりつけ板
- 4 研磨用スラリー
- 5 研磨布
- 6 バックアップホイール。